

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

51

Int. Cl.:

C 03 b, 19/06

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 32 a, 19/06

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 2218 766

Aktenzeichen: P 22 18 766.2

Anmeldetag: 18. April 1972

Offenlegungstag: 7. Dezember 1972

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 19. April 1971

33

Land: V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen: 135140

54

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen dünnwandiger Gegenstände aus Quarzglas

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Mellen, Edward J., East Cleveland, Ohio (V. St. A.)

Vertreter gem. § 16 PatG: Abitz, W., Dr.-Ing.; Morf, D. F., Dr.;  
Brauns, H.-A., Dipl.-Chem. Dr. rer. nat.;  
Patentanwälte, 8000 München.

72

Als Erfinder benannt: Loxley, Ted Albert, Mentor;  
Barber, Walter George, North Perry; Combs, Walter Wendell, Mentor;  
Webb, John Mason; Chagrin Falls; Ohio (V. St. A.)

66

Rechercheantrag gemäß § 28 a PatG ist gestellt

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DT-PS 611 098

DT-PS 698 097

DT-PS 623 138

DT-PS 708 021

DT-PS 682 719

DT-PS 870 325

DT-PS 688 782

CH-PS 220 467

DT-PS 689 404

GB-PS 1 178 803

DT 2218766

Patentanwälte  
Dr. Ing. Walter Abitz  
Dr. Dieter F. Morf  
Dr. Hans-A. Brauns  
8 München 29, Rindfleischstr. 28

2218766

18. April 1972  
10 348-B

EDWARD J. MELLEN  
2123 Lee Road, East Cleveland, Ohio, V.St.A.

---

Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen  
dünnwandiger Gegenstände aus Quarzglas

---

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Herstellen von sehr dichtem oder durchsichtigem Quarzglas aus Quarzglasteilchen, insbesondere die Herstellung von gesinterten Quarzglastiegeln und anderen durchsichtigen oder durchscheinenden Präzisions-Quarzglasteilen mit hoher Temperaturwechselfestigkeit. Nach dem Verfahren ist es erstmalig möglich, durchsichtige Präzisions-Quarzglasgegenstände in Massenproduktion zu niedrigen Kosten und ohne kostspielige Glasbearbeitungsvorgänge herzustellen.

Bislang ist Quarzglas nach Glasbearbeitungsmethoden,

als Schlickerguß oder durch Pressen hergestellt worden. Die Methoden der Glasbearbeitung verlangen eine Erhitzung des Glases bis auf eine bei  $1925^{\circ}\text{C}$  ( $3500^{\circ}\text{F}$ ) oder darüber liegende Temperatur, um die Viskosität bis auf einen Wert herabzusetzen, bei dem das Glas plastisch deformierbar ist, etwa durch Walzen, Pressen oder Ziehen. Derartige Verfahren werden auch jetzt noch, trotz der hohen Kosten, der erforderlichen besonderen Ausrüstung und des benötigten ausgebildeten Personals in weitem Umfang für die Herstellung aller Gegenstände, von den einfachsten Formen abgesehen, ausgeübt.

Schlickerguß ist auch in grossem Umfang angewandt worden, weil es die am wenigsten aufwendige aller Herstellungsmethoden ist, keine kostspielige Ausrüstung verlangt und komplizierte Formen zu erzeugen vermag, aber alle vor dem Anmeldungsstag bekannten Schlickergußverfahren waren ungeeignet für die Herstellung von qualitativ hochwertigen Präzisions-Quarzglasgegenständen, beispielsweise durchsichtigen Quarzglasgegenständen. In manchen Fällen ließ sich die Oberfläche der durch Schlickerguß hergestellten Quarzgegenstände durch eine Acetylen-Sauerstoff-Flamme oder auf ähnliche Weise schmelzen, jedoch ist das mühsam und zeitraubend, und ein durchsichtiges Erzeugnis ließ sich auf diese Weise nicht herstellen.

Heißpressen ist bei der gewerblichen Herstellung von Quarzglasgegenständen nicht in grösserem Umfang vorgenommen worden, da auf diese Weise keine komplizierten Formen herstellbar sind und eine spezielle Ausrüstung erforderlich ist, jedoch liessen sich höhere Dichten erzielen als durch Schlickergußverfahren erreichbar waren. Es ist über Versuche berichtet worden, bei denen Quarzglaspulver bei Temperaturen zwischen  $1090$  und  $1200^{\circ}\text{C}$

(2000 und 2200°F) unter Anwendung von Drücken zwischen 70 und 176 kg/cm<sup>2</sup> (1000 und 2500 psi) heißgepreßt worden ist und ein Produkt hoher Dichte entstand, die in manchen Fällen angeblich 99 % erreichte. Verfahren mit Anwendung von derart hohen Drücken könnten für die Herstellung von Flachglasscheiben oder -platten benutzt werden; das Verfahren ist jedoch nicht in grossem Umfang angewandt und eignet sich nicht für die Herstellung der im allgemeinen verlangten Glasformen.

Vor dem Zeitpunkt der Erfindung herrschte durch viele Jahre die Meinung, daß die Glasbearbeitung das einzige praktikierbare Verfahren für die Herstellung von durchsichtigen Präzisions-Quarzglasgegenständen sei, abgesehen von den verhältnismässig einfachen Formen, die ohne Form in einem weiter unten zu beschreibenden Widerstands- oder Lichtbogenofen gegossen werden können. Aus diesem Grunde waren die im letzten Jahrzehnt hergestellten Erzeugnisse aus durchsichtigem Quarzglas teuer. Die Glasindustrie war vor dem Zeitpunkt der Erfindung davon überzeugt, daß weniger kostspielige Verfahren, wie etwa der Schlickerguß, für die Herstellung handelsüblicher durchsichtiger Quarzglasgegenstände nicht geeignet seien.

Diese Probleme bestehen zwar seit vielen Jahren, jedoch ließ sich vor dem Erfindungszeitpunkt eine befriedigende Lösung nicht finden. Das Problem war wegen der Eigenschaften des Quarzglases und der Notwendigkeit, eine Entglasung und die Bildung wesentlicher Mengen von Cristobalit (oder möglicherweise Tridymit) zu vermeiden, nur schwer zu lösen. Cristobalit macht die Alpha-Beta-Umwandlung bei einer Temperatur zwischen 171 und 266°C (340 und 510°F) durch und führt, wenn nur relativ geringe Mengen auftreten, dazu, daß das Quarzglas rissig wird, wenn es während des Erhitzens oder Abkühlens die Umwand-

lungstemperatur erreicht. Da die Bildung von Cristobalit erheblich zunimmt, wenn Quarzglas auf mehr als  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) erhitzt wird (bei  $1315^{\circ}\text{C}$  ( $2400^{\circ}\text{F}$ ) bildet sich vermutlich mindestens zehnmal so viel Cristobalit wie bei  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ )), nahm man vor dem Zeitpunkt der Erfindung an, daß die Brenntemperatur für im Schlickergußverfahren hergestellte Erzeugnisse  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) nicht übersteigen dürfe. Das hielt man für wesentlich, besonders wegen der grossen exponierten Flächenbereiche von Quarzglasteilchen des Schlickergußprodukts, was zu stärkerer Entglasung führte. Mit der oberen Begrenzung der Brenntemperatur auf  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) ging eine obere Dichtegrenze von 86 oder 87 % einher, so daß die Verwendbarkeit von durch Schlickerguß hergestellten Quarzglas-erzeugnissen vor dem Erfindungszeitpunkt begrenzt war.

Viele Jahrzehnte hindurch bestand die Notwendigkeit, eine einfache, billige Methode für die Herstellung von durchsichtigem und/oder sehr dichtem Quarzglas zu entwickeln. Vor dem Zeitpunkt der Erfindung wurden aber die kostspieligen Glasbearbeitungsmethoden als die einzige praktikable Möglichkeit für die Herstellung von Quarztiegeln und den meisten anderen Präzisionsgegenständen aus Quarzglas betrachtet. Einige Quarzglasprodukte, beispielsweise Glockenbehälter, liessen sich nach dem weniger kostspieligen Lichtbogenschmelzverfahren herstellen, nach welchem Quarzsand bei einer oberhalb von  $1940^{\circ}\text{C}$  ( $3500^{\circ}\text{F}$ ) liegenden Temperatur geschmolzen und dabei durch Zentrifugalkräfte gegen eine Formfläche aus Graphit geführt wird. Der nicht geschmolzene Sand trennt die Graphitformfläche von dem geschmolzenen Quarz und verhindert die Reaktion zwischen Quarz und Graphit. Dieses Verfahren vermeidet wesentliche Entglasung und gestattet die Herstellung eines Quarzglases, das gegen Temperaturwechsel-

beanspruchung ausserordentlich beständig ist. Der nicht geschmolzene Sand verleiht dem Quarzglasprodukt jedoch eine raue Oberfläche, und die Abmessungen des Gegenstands sind so ungenau, daß das Verfahren für die meisten Quarzglaserzeugnisse nicht eingesetzt werden kann.

Wenn ein Präzisionsgegenstand hoher Dichte aus Quarzglas hoher Festigkeit gebraucht wurde, wie es etwa für Tiegel zur Aufbewahrung geschmolzenen Siliziums galt, nahm man vor dem Zeitpunkt der Erfindung an, daß die kostspielige Glasbearbeitung den einzigen Weg darstellte, auf dem die verlangten Eigenschaften zu erreichen waren.

Im Falle der Quarztiegel, die zur Aufnahme von geschmolzenem Silizium während des Wachsens eines Siliziumkristallstabs benutzt wurden, wurde das Produkt als unbrauchbar angesehen, wenn es merkliche Mengen Cristobalit aufwies oder Formabweichungen zeigte. Derartige Siliziumkristallstäbe, von denen Platten zur Verwendung in Mikroschaltkreisen geschnitten werden, stellt man durch Schmelzen des Siliziummetalls in dem Quarzglasiegel bei einer Temperatur von etwa  $1420^{\circ}\text{C}$  ( $2585^{\circ}\text{F}$ ) her, wobei ein Kristallkeim eingeführt und der Kristall während einer Zeit von etwa 8 bis 16 Stunden bei dieser Temperatur gezogen wird. Sogar ein im wesentlichen von Cristobalit freier durchsichtiger Quarzglasiegel wird während dieses Vorgangs durch Entglasung beschädigt und wird brüchig, wobei er infolge Bildung erheblicher Mengen von Cristobalit undurchsichtig wird. Die Anwesenheit auch nur relativ geringer Mengen von Verunreinigungen oder einer kleinen Menge Cristobalit in dem Tiegel zu Beginn des Erhitzungsabschnitts kann nicht hingenommen werden, weil der Zerstörungsvorgang dadurch beschleunigt wird, und daher wurde es vor dem Zeitpunkt der Erfindung für notwendig gehalten, durchsichtige



Quarzglastiegel höchster Qualität zu verwenden, das heißt Quarzglastiegel aus reinem Quarzglas, hergestellt durch Glasbearbeitung, zum Beispiel aus Quarzglasröhren. Wenn derartige Quarzglastiegel auch teuer waren, so war man doch überzeugt, daß es einen befriedigenden Ersatz nicht gäbe. Es war zu diesem Zeitpunkt noch nicht bekannt, auf welche Weise ein brauchbarer Tiegel nach weniger kostspieligen Verfahren, etwa durch Schlickerguß, herstellbar wäre. Schlickergußtiegel mit einer maximalen Dichte von 86 % oder darunter nach dem Brennen waren, unabhängig von dem Ausmaß der Entglasung, eindeutig unbrauchbar.

Die Anmelder haben ein einfaches, einheitliches Verfahren entwickelt, nach dem aus Quarzglaspulver ein Tiegel hoher Dichte und mit der erforderlichen Festigkeit, Rißbeständigkeit und dem erforderlichen Entglasungswiderstand bei Vermeidung der Bildung nennenswerter Mengen Cristobalit herstellbar ist. Die Herstellungskosten für derartige Quarzglastiegel liegen bei weniger als der Hälfte der Aufwendungen, die für die Herstellung solcher Tiegel durch Glasbearbeitung erforderlich wären. Das anmeldungsgemäße Verfahren erleichtert auch eine wirtschaftliche Massenerstellung von durchsichtigen Präzisions-Quarzglastiegeln hervorragender Temperaturwechselbeständigkeit aus Quarzglaspulver. Derartige, auf 1480°C (2700°F) erhitzte Tiegel können in Wasser von Zimmertemperatur gelegt werden, ohne daß Risse auftreten.

Die Erfindung der Anmelder zeigt, daß Tiegel aus Quarzglas hoher Dichte und andere Präzisionsgegenstände hoher Qualität aus Quarzglas auf einfache, billige Weise aus Teilen von praktisch reinem Quarzglas hergestellt werden können, das nach den Regeln der Pulvermetallurgie, also etwa durch Schlickerguß oder durch Pressen, gegossen oder ge-

formt werden kann. Ein im Schlickerguß hergestellter Tiegel wird beispielsweise schnell auf hohe Temperatur gebracht, etwa 1650 bis 1700°C (3000 bis 3100°F) und in einem Ofen während eines kurzen Zeitraums, etwa 1 bis 5 Minuten lang, auf dieser Temperatur gehalten, um das Quarzglas zu sintern und auf eine Dichte von 99 % oder mehr zu bringen, während eine ins Gewicht fallende Entglasung vermieden und die geforderte Form aufrechterhalten wird. Diese Erhitzung kann zum Beispiel in einem mit Graphit ausgekleideten Ofen erfolgen, der Helium, Stickstoff, Argon oder ein anderes inertes Gas enthält. Wenn der Quarzglasgegenstand durchsichtig sein muß, kann das Sintern im Vakuum erfolgen, aber bei der praktischen Ausübung des Verfahrens wird in einer Helium-Atmosphäre gearbeitet. Bei Verwendung von Helium ist die erforderliche Apparatur sehr einfach und eine Massenherstellung kann bei Atmosphärendruck erfolgen. Schlickerguß kann ebenfalls mit einfachster Ausrüstung bei Atmosphärendruck erfolgen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung für die Herstellung von Präzisionstiegeln arbeitet mit einer geformten Unterlage oder einem Dorn, der aus Graphit oder einem anderen feuerfesten Material besteht, und dessen Gestalt der Tiegeloberfläche entspricht. Diese Unterlage wird ständig auf hoher Temperatur - etwa 1380°C (2500°F) oder höher - gehalten und ist so ausgeführt, daß sie schnell aus einer vorgeschobenen Beschickungsstellung in einer Erhitzungsstellung innerhalb des Ofens überführt werden kann; in dem Ofen wird der Tiegel bis auf die erforderliche Sintertemperatur erhitzt.

Bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besteht die geformte Unterlage aus einem konvex gewölbten Aufnahme-dorn aus Graphit, der auf einem Schlitten innerhalb einer

besonderen Kühleinrichtung mit feuerfesten Umschließungswänden, die sich zusammen mit dem Schlitten bewegen lassen, angebracht ist. Diese Kühleinrichtung kann aus einer ersten Beschickungsstellung an der einen Seite des Ofens in eine zweite Stellung, fluchtend mit dem Ofenraum bewegt werden; aus der zweiten Stellung kann der Aufnahme-dorn aus Graphit in den Ofen transportiert werden. Der Ofen ist so ausgebildet, daß er die Aussenseite des Tiegels auf eine über der Temperatur der Innenseite liegende Temperatur erhitzt, so daß das eingeschlossene Gas radial nach aussen abfließt.

Aufgabe der Erfindung ist die Reduzierung der Kosten für die Herstellung von Präzisionstiegeln für das Ziehen von Siliziumkristallstäben.

Ferner soll die Erfindung ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Vermeidung wesentlicher Entglasung bei der Herstellung von gesinterten Quarzglastiegeln angeben.

Weiteres Erfindungsziel ist die Massenherstellung von Präzisions-Quarzglastiegeln hoher Dichte u. dgl. bei Atmosphärendruck.

Schließlich soll mit der Erfindung ein einfaches Verfahren und eine einfache Vorrichtung für die Massenherstellung von Quarzglaserzeugnissen erhöhter Dichte angegeben werden, wobei die Erzeugnisse aus dem opaken oder durchscheinenden Zustand in den durchsichtigen Zustand überführt werden, während die Bildung wesentlicher Mengen Cristobalit vermieden und die geforderte Grösse und Form aufrechterhalten wird.

Diese Merkmale und weitere Anwendungsmöglichkeiten und

Vorteile der Erfindung entnimmt der Fachmann der nachfolgenden Beschreibung und den Patentansprüchen. Die Zeichnungen stellen dar:

Fig. 1 eine Seitenansicht der erfindungsgemässen Vorrichtung in kleinerem Mastab, wobei einige Teile weggelassen, andere weggebrochen oder im Schnitt dargestellt und die bewegten Teile der beweglichen Khleinrichtung strichpunktirt angegeben sind;

Fig. 2 einen vertikalen Querschnitt durch die Vorrichtung nach Fig. 1 in grsserem Mastab, wobei der Aufnahme-dorn aus Graphit und der Tiegel in ihrer hchsten Stellung dargestellt sind;

Fig. 3 eine perspektivische Teilansicht unter Fortlassung einiger Einzelteile; gezeigt wird ein Teil des Rahmens, wobei die feuerfeste Abdeckplatte in ihrer normalen rckwrtigen Stellung gezeigt ist, bevor sie in Richtung des Pfeils ausgeschwenkt wird und die kreisfrmige Ofenffnung abdeckt;

Fig. 4 eine perspektivische Teilansicht, fr die mehrere Teile weggebrochen oder weggelassen sind, mit einer Ansicht der Einzelelemente unmittelbar vor der Abnahme des fertigen Tiegels;

Fig. 5 ein elektrisches Schaltschema fr eine Ausfhrungsmglichkeit der automatischen Steuerung der Anlage.

Die im Rahmen der Erfindung zu verwendenden Teilchen aus Quarzglas sollten praktisch rein sein oder einen Reinheits-

grad von mindestens 99,95 % aufweisen. Das Quarzglas wird als "praktisch rein" betrachtet, wenn es bei Erhitzung auf eine Sintertemperatur, beispielsweise auf 1200°C (2200°F) oder mehr, höchstens 0,05 % Verunreinigungen enthält. Ein etwas schlechterer Reinheitsgrad kann hingenommen werden, wenn es sich bei der Verunreinigung um eine Verbindung wie Zirkonoxid oder Aluminiumoxid handelt. Merkliche Mengen Flußmittelverunreinigungen sind natürlich zu vermeiden. Das Quarzglas kann einen geringen Prozentsatz (z.B. weniger als 1 %) organische Bestandteile, z.B. Polyurethangummi, enthalten, die ohne merklichen Rückstand verbrennen. Zufriedenstellende Ergebnisse lassen sich somit auch dann erreichen, wenn man Quarzglassand in einer Kugelmühle mahlt und das entstehende Quarzglaspulver geringe Mengen von Gummi oder anderen organischen Polymerisaten enthält.

Das im Rahmen der Erfindung verwendete Quarzglas ist vorzugsweise ein hochreines Quarzglas aus Quarzsand oder Bergkristall und kann beispielsweise in der benötigten Partikelgröße durch Pulvern oder Mahlen ausreichend reinen Quarzglassandes oder Bergkristalls mit einem Reinheitsgrad von 99,95 oder 99,99 % oder besser gewonnen werden. Das Quarzglas muß praktisch frei von Fremdstoffen sein oder muß so gereinigt werden, daß es nach dem Mahlen den erforderlichen Reinheitsgrad aufweist. Ausgezeichnete Ergebnisse lassen sich auch mit synthetisch hergestelltem Quarzglas der erforderlichen Reinheit erzielen. Allgemein werden die Ergebnisse mit zunehmendem Reinheitsgrad des Quarzglases besser. Es ist daher vorzuziehen, mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99,97 % zu arbeiten.

Das Quarzglas kann auf verschiedene Weise, ohne daß dabei merkliche Mengen Verunreinigungen eingeführt werden, gemahlen werden. Hierfür dient vorzugsweise eine Kugelmühle,

aber Quarzglas läßt sich auch durch Zerstossen oder durch Explosion oder durch gegenseitigen Stoß der Partikel, der mit hoher Geschwindigkeit erfolgen muß, zerkleinern. Die Pulverisierung kann in einer Schwingmühle, einer Katy-Mühle, einer Stabmühle oder einer Ultraschallmühle oder auf andere Weise erfolgen.

Sehr gute Ergebnisse wurden erzielt, wenn das Quarzglas (z.B. Quarzglassand) in einer üblichen Kugelmühle mit Kugeln aus praktisch reinem Quarzglas und einer Auskleidung aus aschearmem Gummi, etwa einem Polyurethangummi oder einem anderen geeigneten organischen Material versehen war. Als während des Mahlvorgangs benutzte Flüssigkeit ist destilliertes Wasser am besten geeignet, so daß eine für den üblichen Schlickerguß geeigneter Aufschlammung entsteht. Jedoch kann als flüssiger Bestandteil der Aufschlammung statt Wasser auch eine andere Flüssigkeit verwendet werden, insbesondere eine Flüssigkeit, die beim Verdampfen keinen merklichen Rückstand hinterläßt. Beispielsweise ist Kerosin oder eine andere polare Flüssigkeit auch anwendbar, jedoch wurden bei Verwendung von Wasser als dem flüssigen Bestandteil die besten Ergebnisse erzielt.

Die im Rahmen der Erfindung benutzten Quarzglasteilchen sollten nicht grösser als  $200\ \mu$ , vorzugsweise nicht grösser als  $100\ \mu$ , sein. Wird Schlickerguß angewandt, liegt die durchschnittliche Partikelgrösse zwischen  $1$  und  $70\ \mu$ , vorzugsweise zwischen  $2$  und  $10\ \mu$ . Die Grösse der Quarzglaspartikel sollte für die Anwendung des an sich bekannten Schlickergußverfahrens verwendbar sein. Werden nach dem erfindungsgemässen Verfahren durchsichtige Quarzglasgegenstände hergestellt, so werden im allgemeinen zweckmässigerweise Quarzglaspartikel von durchschnittlich  $1$  bis  $10\ \mu$  Partikelgrösse verwendet.

12

Die Grundstoffe für die gemäß der Erfindung hergestellten Tiegel oder sonstigen Gegenstände sind im wesentlichen Quarzglaspartikel und, sofern nach dem Schlickergußverfahren gearbeitet wird, ein geeignetes flüssiges Mittel, beispielsweise destilliertes Wasser. Zweckmässigerweise werden keine Zusätze oder Bindemittel benutzt, um die Partikel zusammenzuhalten, besonders dann nicht, wenn ein praktisch durchsichtiges Quarzglas herzustellen ist.

Der gewünschte Gegenstand kann aus dem gepulverten Quarzglas durch Warm- oder Kaltpressen oder auf ähnliche Weise hergestellt werden, vorzugsweise jedoch durch das übliche Schlickergießen, wobei eine poröse Form mit einer Innenseite, die der Aussenseite des Tiegels oder sonstigen Gegenstands entspricht, verwendet wird. Der Gegenstand wird vorzugsweise bei Atmosphärendruck ohne Anwendung eines zusätzlichen Drucks als Schlickerguß hergestellt. Als Werkstoff für die poröse Form kann Gips oder ein anderes übliches Formmaterial verwendet werden. Wenn die Form das Quarzglas zu verunreinigen vermag, muß sie mit einer Schutzschicht aus Graphit oder einem anderen geeigneten Material versehen werden.

Zweckmässigerweise wird ein Formtrennmittel benutzt, das im wesentlichen aus Graphit besteht und als Schmiermittel oder Trennmittel wirkt und das, wenn eine Gipsform verwendet wird, das Quarzglas gegen den Gips abschirmt. Der Graphit kann als dünne Schutzschicht in einer Dicke von einigen Mikron auf die Formfläche gebürstet werden. Der dazu verwendete Graphit muß praktisch frei von Verunreinigungen oder unerwünschten Fremdstoffen sein, vorzugsweise ist es reiner Graphit.

Nachdem die poröse Form mit dem Graphitpulver beschichtet

worden ist, wird die das Quarzglasmehl enthaltende, in destilliertem Wasser suspendierte Aufschlämmung in die Form gegeben. Die poröse Form zieht das Wasser aus der Aufschlämmung, so daß nach Ablauf einer ausreichenden Zeit, d.h. nach etwa 10 bis 20 Minuten, die gewünschte Wandstärke erreicht ist. Die Zeit läßt sich etwas herabsetzen, indem der Schlicker druckbeaufschlagt wird, jedoch wird vorzugsweise kein Druck benutzt. Nach Ablauf der genannten Zeit wird die Form umgedreht, um den überschüssigen Schlicker zu entfernen, in die richtige Stellung zurückgebracht und anschliessend zum Trocknen aufgestellt. Der entstandene Schlickergußtiegel schrumpft ein wenig, so daß er leicht aus der Form genommen werden kann. Die Entnahme läßt sich erleichtern, wenn man Luft aus einer Düse in den Zwischenraum zwischen Tiegel und Form bläst, so daß der Tiegel weggeblasen wird. Der Tiegel hat in diesem Zustand eine ausreichend grosse Festigkeit, so daß er sich selbst trägt und in üblicher Weise, innen durch einen Dorn gestützt oder freistehend, getrocknet werden kann.

Nach der Abnahme der Form muß der Tiegel oder der sonstige Gegenstand gründlich durchtrocknen, bevor er gebrannt wird, damit eine Beschädigung infolge zu schneller Feuchteentwicklung vermieden wird. Das Trocknen kann auf unterschiedliche Weise vorgenommen werden. Üblich ist das Trocknen des Gießlings über Nacht bei 43 bis 49°C (110 bis 120°F) und anschliessend während einiger weiterer Stunden bei einer Temperatur zwischen 149 und 204°C (300 und 400°F).

Wenn statt Graphit ein anderes Trennmittel verwendet wird, kann es erforderlich sein, den Gießling vor dem Brennen zu reinigen. Befindet sich an dem Gießling noch ein Graphitrest, so kann er vor dem Brennen entfernt werden, jedoch ist



das weniger wichtig, weil die Oxydation des Graphits während des Brennens im allgemeinen wirkungsvoll ist und ein wesentlicher Einfluß auf die Entglasung nicht zu erkennen ist.

Der Gießling wird vorzugsweise in Luft oder Wasserdampf oder in einer Inertgasatmosphäre vor der abschliessenden Sinter- oder Glasbildungsbehandlung gebrannt, um brennbare Substanzen, wie etwa Gummibestandteile aus der Auskleidung der Kugelmühle, zu entfernen. Dieses wahlweise auszuführende Brennen beseitigt auch alles während des vorausgegangenen Trocknens nicht entfernte Wasser. Bei einem praktisch ausgeübten Verfahren wird der Gießling bei einer Temperatur zwischen 38 und 204°C (100 und 400°F) gründlich getrocknet und dann bei einer Temperatur von 1090 bis 1200°C (2000 bis 2200°F) ausreichend lange, d.h. mindestens 20 bis 60 Minuten lang, gebrannt; diese Zeit dient dazu, alles Brennbare zu beseitigen und den Gießling zu verfestigen, damit er sich leichter handhaben läßt. Dann wird der Gießling an einem trockenen Platz aufbewahrt, bis die abschliessende Sinterung bei erhöhter Temperatur (z.B. oberhalb 1650°C - 3000°F) erfolgt.

Bei dem oben angegebenen, wahlweise einzuschaltenden Brennvorgang übersteigt die Temperatur vorzugsweise 1200°C (2200°F) nicht, so daß nur eine ganz geringfügige Bildung von Cristobalit eintritt. Da während dieses Brennvorgangs keine hohe Festigkeit erreicht werden soll, ist die Sinterzeit für die meisten Gießlinge nicht höher als 1 bis 2 Stunden, um die Kosten so niedrig wie möglich zu halten und unnötige Entglasung zu vermeiden.

Da der Gießling aus Quarzglas eine gute Beständigkeit gegenüber plötzlicher Temperaturänderung besitzt, kann er

sehr schnell auf Brenntemperatur erhitzt werden, indem er in einen vorgeheizten Ofen oder auf einen vorgeheizten Graphitdorn gesetzt wird, der dem hier dargestellten Dorn 16 entspricht. Er kann auch nach dem Brennen schnell abgekühlt werden.

Der getrocknete Schlickergußtiegel bzw. der sonstige, in der oben bezeichneten Weise hergestellte Gießling, wird dann abschliessend zur Glasbildung (vitrification) einer Temperatur zwischen 1650 und 1750°C (3000 und 3150°F) ausgesetzt, ohne daß die Form des Gegenstands geändert wird. Diese Erhitzung muß so ausgeführt werden, daß Blasenbildung oder eine wesentliche Entglasung auftritt, und daher muß der Gießling schnell auf eine im passenden Bereich liegende Sintertemperatur (z.B. zwischen 1650 und 1730°C - 3000 und 3150°F) gebracht und auf dieser Temperatur während einer begrenzten Zeit, etwa 1 bis 5 Minuten, gehalten werden, um das verlangte Präzisions-Quarzglas-erzeugnis zu erhalten. Wegen der Entglasung darf der Gießling nicht zu lange bei einer oberhalb 1200°C (2200°F) liegenden Temperatur verbleiben.

Im Rahmen der Erfindung wird der als Schlickerguß hergestellte Quarzglastiegel oder sonstige Gießling schnell erhitzt, vorzugsweise indem man ihn auf einen heißen Dorn setzt, der eine zwischen 1370 und 1650°C (2500 und 3000°F) liegende Temperatur aufweist, und den Gießling schnell auf dem Haltedorn in einen Ofen bewegt, der auf über 1650°C (3000°F) z.B. auf 1650 bis 1760°C (3000 bis 3200°F) erhitzt ist. Die Temperatur des Tiegels oder sonstigen Gießlings wird schnell von unter 1200°C (2200°F) auf mindestens 1650°C (3000°F) in einer Zeitspanne von höchstens 2 Minuten, vorzugsweise innerhalb von höchstens 1 Minute erhöht und in dem Temperaturbereich zwischen 1650 und 1730°C

(3000 und 3150°F) während einer Sinterdauer von 1 bis 6 Minuten gehalten, um eine Dichte von mindestens 99 % zu erhalten und vorzugsweise ein durchsichtiges oder praktisch durchsichtiges Quarzglas zu erzielen. Das Erhitzen erfolgt in einer Weise, daß die geforderte Grösse und Form erhalten und ein Präzisionserzeugnis hergestellt wird. Für die Herstellung von genauen Tiegeln sollte die Sinterzeit nicht mehr als 5 Minuten betragen und vorzugsweise zwischen etwa 2 und 4 Minuten liegen.

Nachdem das Glas die gewünschte Höchsttemperatur, die im allgemeinen 1680 bis 1700°C (3050 bis 3100°F) beträgt und vorzugsweise 1730°C (3150°F) nicht übersteigt, erreicht hat, wird der Tiegel abgekühlt. Werden Quarzglasgegenstände mit verhältnismässig hoher Wandstärke hergestellt, kann die Sinterzeit etwas länger gehalten werden, und die maximale Glastemperatur an der Oberfläche kann 1760°C (3200°F) erreichen, bevor der Gegenstand abgekühlt wird.

Der Quarzglastiegel wird vorzugsweise aus dem Ofen herausgenommen und eine kurze Zeit (z.B. höchstens eine Minute) auf dem Graphitdorn oder der Form bis auf eine mittlere Temperatur abgekühlt, beispielsweise auf 1370 bis 1480°C (2500 bis 2700°F), bevor der Tiegel von dem Dorn abgenommen und weiter auf Zimmertemperatur abgekühlt wird. Der Tiegel sollte auf eine unter 1200°C (2200°F) liegende Temperatur innerhalb von 2 oder 3 Minuten nach seinem Herausnehmen aus dem Ofen und ehe eine wesentliche Entglasung eingetreten ist, abgekühlt sein.

Um nur möglichst wenig Cristobalit entstehen zu lassen, wird der Tiegel so geheizt, daß die Temperatur von 1200°C (2200°F) oder darunter bis auf die verlangte maximale

Glastemperatur in höchstens 8 Minuten erreicht wird, und wird dann unter eine Temperatur von  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) abgekühlt, so daß das Quarzglas einer über  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) liegenden Temperatur während dieses Heiz- und Abkühlvorgangs für höchstens etwa 10 Minuten ausgesetzt ist.

Quarzglaserzeugnisse höchster Qualität lassen sich nach dem erfindungsgemässen Verfahren dann erzielen, wenn die abschliessende Sinterbehandlung in einer Heliumatmosphäre oder im Vakuum vorgenommen wird. Das Arbeiten in Helium bei Atmosphärendruck ist vorzuziehen und ermöglicht eine Massenerstellung von durchsichtigen Präzisions-Quarzglaserzeugnissen zu einem Bruchteil der bisher üblichen Kosten unter Verwendung einer wenig aufwendigen Ausrüstung, wie sie beispielsweise unten beschrieben wird. Das Verfahren ist auch sehr betriebssicher, so daß Abfall aus fehlerhaften Stücken nur sehr gering ist. Die Qualität der im Massenproduktionsverfahren fortlaufend herstellbaren durchsichtigen Gegenstände ist bemerkenswert. Die Produkte haben eine ausserordentlich hohe Temperaturwechselfestigkeit, wie man leicht erkennen kann. Zum Beispiel reissen übliche, im Massenverfahren nach der Erfindung hergestellte durchsichtige Quarzglastiegel, die sich auf einer Temperatur von  $1090^{\circ}\text{C}$  ( $2000^{\circ}\text{F}$ ) befinden, nicht, wenn sie in Wasser von Zimmertemperatur (d.h.  $21^{\circ}\text{C}$  -  $70^{\circ}\text{F}$ ) zum Abkühlen getan werden. Nötigenfalls kann eine derart abrupte Kühlung zum Testen der Glasqualität herangezogen werden und gleichzeitig das Fehlen merklicher Mengen von Cristobalit nachweisen.

In den nun zu erläuternden Zeichnungen sind übereinstimmende Bauteile immer mit dem gleichen Bezugszeichen versehen; die Fig. 1 und 2 geben einen für die Ausübung des erfindungsgemässen Verfahrens speziell konstruierten Induktionsofen wieder, der aus einem feststehenden oberen Ofenteil A,

einem unteren beweglichen Kühlteil B und einem starren Metallrahmen F für die Aufnahme der beiden Teile A und B besteht; der Rahmen liefert auch eine Halterung für den beweglichen Kühlteil und gestattet ihm die Bewegung aus der in den Fig. 1 und 2 mit ausgezogenen Linien angegebenen Normallage in die Entladestellung, die in den Fig. 4 wiedergegeben und in Fig. 1 strichpunktiert angedeutet ist.

Der Induktionsofenteil A weist einen ringförmigen feuerfesten Korpus 1 auf, der aus einem relativ starken oberen zylindrischen Abschnitt 2, einem weniger starken Zylinderabschnitt 3 und einer schraubenförmigen Heizwicklung 4 aus Kupfer besteht, die in das feuerfeste Material des Korpus 1 koaxial zu der inneren Zylinderfläche des Korpus 1 eingebettet ist. Die Spitze des Ofenteils A wird von einem flachen kreisförmigen feuerfesten Deckel 5 geschlossen, der den Korpus 1 über dessen gesamte Berandung dichtend abdeckt. Eine flache, kreisförmige Scheibe 63 gleichmässiger Stärke aus feuerfestem Material berührt die ebene Bodenfläche des Deckels 5. In dem Innenraum des Korpus 1 steckt eine zylindrische Hülse 6 aus feuerfestem Material gleichförmiger Stärke (Fig. 2) und reicht von dem Rand der Platte 63 bis an eine Stelle nahe dem unteren Ende des Korpus 1. Unter dem Korpus 1 befindet sich eine ebene Platte 24 mit einer Kreisöffnung 26, deren Durchmesser gleich dem Innendurchmesser des Korpus ist. Eine feuerfeste Platte 124 deckt die Platte 24 ab und berührt den unteren Rand des Korpus 1.

Eine zylindrische, aus feuerfestem Material bestehende Wärmesenke (Becher) 7 mit gleichförmiger Wandstärke bildet die Kühlkammer 18 des beweglichen Ofenteils B und ist koaxial zu der Hülse 6 und dem Ofenkorpus 1 angeordnet

A

(vgl. Fig. 1 und 2). Die ebene obere Kreisfläche der zylindrischen Wand 8 dieses Bechers befindet sich neben oder in unmittelbarer Nachbarschaft von der ebenen Unterseite der Platte 24, um die Gase in der Kammer 18 zu halten und nur einen begrenzten Luftstrom durch die engen Zwischenräume zwischen dem oberen Ofenteil A und dem unteren Kühlteil B zu ermöglichen. Dieser Zwischenraum besteht zwischen dem Becher 7 und der Platte 24, damit sich der Kühlteil B leicht in der Waagerechten verschieben läßt, jedoch soll die Vertikalerstreckung dieses Spalts sehr gering sein, beispielsweise 0,8 bis 2,5 mm (0,03 bis 0,1 inch).

Der zylindrische feuerfeste Wandteil 8 ist vorzugsweise einstückig mit der ebenen kreisförmigen Bodenfläche 9 ausgebildet; er ist umgeben von einer schraubenlinienförmigen Kühlschlange 10 aus Kupfer, die koaxial zu dem Becher ist. Nötigenfalls läßt sich diese Kühlschlange in den Becher einbetten, wie es oben für die Wicklung 4 beschrieben wurde; die Kühlflüssigkeit, beispielsweise Wasser, wird ständig durch die Schlange 10 geleitet, damit die Wände 8 mässig warm bleiben (beispielsweise  $149^{\circ}\text{C}$  bis  $204^{\circ}\text{C}$  -  $300^{\circ}\text{F}$  bis  $400^{\circ}\text{F}$ ) und die Kühlung des Dorns 16 mit der gewünschten Geschwindigkeit erfolgt. Der Bodenteil 9 besitzt eine zylindrische Mittelöffnung 48, durch die eine Kolbenstange 12 führt, die während der Hin- und Herbewegung der feuerfesten Tragplatte 11 koaxial zu der Wand 8 verbleibt. Der hier dargestellte Teil B ist mit einem doppelwirkenden Druckluftzylinder 13 versehen, dessen Kolben die Tragplatte 11 zwischen einer normalen Ruhelage, in der sie die Bodenplatte 9 berührt (Fig. 1), und einer angehobenen Lage neben der unteren Randfläche der Hülse 6 (Fig. 2) hin und her bewegt. Der Zylinder 13 kann mit dem Rahmen f des Teils B mittels einer waagerechten Montageplatte 14 durch Schrauben 15 verbunden werden, wie das weiter unten noch im einzelnen be-

schrieben wird.

Die angegebene Tragplatte 11 besitzt eine Ausnehmung zur Aufnahme einer Kreisscheibe 31 gleichförmiger Stärke mit einer senkrecht zu der Kolbenstange 12 verlaufenden ebenen Oberseite. Die Unterseite der Tragplatte kann eine ähnliche Ausnehmung besitzen, um eine ebene runde Metallscheibe 69 aufzunehmen, die mit der Kolbenstange starr und abnehmbar verbunden ist.

Wie man den Zeichnungen entnimmt, ist der Durchmesser der Tragplatte 11 etwas grösser als der Innendurchmesser der Hülse 6 und kleiner als der Innendurchmesser der Mittellochöffnung in den Platten 24 und 124, so daß die Ofenkammer 37 praktisch abgeschlossen ist, wenn die Platte 11 sich in ihrer oberen angehobenen Lage befindet. Jedoch kann ein kleiner Zwischenraum oder eine anderweitige Öffnung vorgesehen werden, damit einige Ofengase abwärts durch die Platte 11 oder an ihr vorbei wandern können. In dem Ofen kann ein ständiger Durchstrom von Helium aufrechterhalten werden, damit sämtliche Luft, die während eines Arbeitsgangs in den Ofen eindringen könnte, ausgetrieben wird.

Ein geformter Tragdorn 16 von Kreisquerschnitt ist starr mit der ebenen Oberseite der feuerfesten Platte 31 in einer Stellung verbunden, die ihn koaxial mit der Kolbenstange 12 hält, so daß er auch koaxial zu der feuerfesten Hülse 6 steht, wenn ein Tiegel c in den Ofenraum 37 des Ofenteils A gesetzt wird. Der Tragdorn ist vorzugsweise konvex geformt, und seine Aussenseite ist vorzugsweise glatt und besitzt eine dem Tiegel entsprechende Form. In der Zeichnung ist der Tragdorn mit einem halbkugelförmigen oberen Abschnitt 17 versehen, jedoch kann diese Form auch ganz anderes aussehen.

Der Werkstoff für die Herstellung des Ofenkorpus 1, des Deckels 5, des Bechers 7 und der runden Tragscheibe 11 ist vorzugsweise ein keramisches oder ein feuerfestes Material, das von den hohen Temperaturen nicht angegriffen wird. Dieses Material kann übliches keramisches Material sein, wie es für den Metallguß benutzt wird und das Zirkonsilikat, Aluminiumsilikat, Quarzglas und/oder feuerfeste Oxide enthält, beispielsweise Aluminium-, Zirkon-, Magnesium-, Beryllium- oder Titanoxid. Die Innenseite des Ofens, die Aussenfläche des Dorns und vorzugsweise auch die Innenseite des Bechers 7 bestehen aus Graphit oder Platin oder einem anderen feuerfesten Material, das Temperaturen zwischen 1650 und 1870°C (3000 und 3400°F) aushält und keine zerstörenden Reaktionen mit dem Quarzglas des Tiegels eingeht. Bei der hier dargestellten Vorrichtung bestehen der Dorn 16, der ganze Becher 7 des Kühltells B und die Hülse 6 sowie die Platten 31, 63 und 124 des Ofenteils A aus Graphit. Das letztgenannte Material wird im allgemeinen aus Kostengründen bevorzugt, man kann aber auch ein anderes Material benutzen. Auch kann die Graphitoberfläche mit einem weiteren Material, beispielsweise mit Platin, bedeckt werden. Der gesamte Dorn 16 kann aus Platin hergestellt und mit einer glatten Oberfläche für die Aufnahme des Tiegels versehen werden, jedoch ist im allgemeinen die Verwendung eines weniger kostspieligen feuerfesten Materials, wie Graphit, vorzuziehen.

Wird Induktionsheizung benutzt, so sollte für die Hülse 6 ein Material mit magnetischer Suszeptibilität benutzt werden, das durch die Induktionsspulen des Ofens beheizt werden kann. Der Ausdruck "susceptor" wird hier benutzt, um diese Suszeptibilität auszudrücken. Bei der gezeichneten Vorrichtung sind der konvexe Dorn 16, die Platte 63 und die Hülse 6 "susceptors" und bewirken eine Erhitzung des Quarztiegels



auf die erforderliche Sintertemperatur. Die Hülse 6 und die Platte 63 können auf eine Temperatur von 1650 bis 1760°C (3000 bis 3200°F) oder etwas höher erhitzt werden. Der Dorn wird während des Sintervorgangs nicht ganz so hoch erhitzt (etwa 1620 bis 1730°C - 2950 bis 3150°F) und dann auf eine niedrigere Temperatur (etwa 1370 bis 1480°C - 2500 bis 2700°F), damit der Tiegel leichter gehandhabt werden kann. Nach dem Abkühlen kann der Dorn wieder, ehe der nächste Schlickerguß-Tiegel aufgesetzt wird, auf hohe Temperatur (etwa 1650°C - 3000°F) gebracht werden, so daß der Tiegel so schnell wie möglich erhitzt wird; jedoch ist es im allgemeinen vorzuziehen, den besonderen Heizschritt fortzulassen und den nächsten Tiegel auf den Dorn zu setzen, wenn dieser sich noch auf seiner niedrigeren Temperatur, also etwa 1480°C (2700°F), befindet.

Das untere Ende des Ofenkörpus 1 wird vorzugsweise mit einer feuerfesten Platte bedeckt, wenn der Teil B von dem Teil A entfernt wird. Zu diesem Zweck ist eine ebene Abdeckplatte 55 vorgesehen, die um Zapfen 61 in Schließstellung geführt und aus dieser Stellung entfernt werden kann. Als feuerfestes Material für die Abdeckplatte 55 kann Graphit und/oder das gleiche Keramikmaterial dienen, das auch für den Ofenkörpus 1 bestimmt ist.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist, wie ersichtlich, einen starren Metallrahmen F auf, an den eine Anzahl Winkelleisen geschraubt, geschweißt oder anderweitig fest angebracht sind. Der Rahmen besitzt vier vertikale Ständer 19, die an ihrem oberen Ende durch vier waagerechte Winkelleisen 20 verbunden sind, die ein rechtwinkeliges Horizontalgerüst bilden. Die Ständer 19 sind an einem rechtwinkelligen Zwischenrahmen aus vier waagerechten Winkelleisen 21 befestigt, die eine rechtwinkelige ebene Platte (Isolationsbrett) 23 in

horizontaler Lage tragen. Diese Platte kann aus wärmefestem Material, etwa aus Asbest oder einem asbestähnlichen Material, etwa 'Transite', in einer Stärke von 6 bis 12 mm (1/4 bis 1/2 inch) bestehen. Eine ähnliche Isolierplatte 124 befindet sich in waagerechter Lage parallel zu der Platte 23 auf vier Eisenwinkeln 22. In der Mitte der Platten 23 bzw. 124 sind Kreisöffnungen 25 bzw. 26 vorgesehen (Fig. 2), so daß der Ofenkörper 1 mit vertikaler Achse angehoben und von den beiden Isolationsplatten gehalten werden kann. Eine Graphitplatte 24 gleicher Form wie die Platte 124 und 6 bis 12 mm (1/4 bis 1/2 inch) stark kann unter der genannten Platte angebracht werden. Der Rahmen F weist ferner zwei horizontal verlaufende Längswinkelisen 27 auf, die mit dem Fuß der Ständer 19 starr verbunden sind, sowie zwei horizontal verlaufende Längswinkelisen 29, die parallel zu den Winkelisen 27 liegen. Kurze vertikale Winkelisen 28 verbinden die Eisen 27 und 29 miteinander und dienen als Träger für die Horizontaleisen 29 und zwei geradlinige Längsschienen 30, die auf den Winkelisen 29 befestigt sind. Die Schienen nehmen die Räder 44 des Kühlteils B auf und stellen die Führungsmittel für die Horizontalführung des Teils aus seiner normalen Arbeitsstellung unter dem Ofenteil A (ausgezogene Linien in Fig. 1) in die Entladestellung unter dem Isolierenteil D (strichpunktiert in Fig. 1) dar.

Der Isolierteil D ist, wie die Fig. 1 und 4 erkennen lassen, als starrer Ausleger an den Ständern 19 des Rahmens F angebracht. Der Isolierteil D weist zwei ebene rechtwinkelige Graphitplatten 32 und 33 auf, die in horizontaler Stellung auf vier Metallwinkeln 132 getragen werden und voneinander durch vier Graphitstäbe 133 von quadratischem Querschnitt getrennt sind, die am Rand des Teils D entlanglaufen und den Rand des engen rechtwinkeligen Luftraums 35, der in dem Teil D ausgebildet ist, abdichten.

Die Graphitplatten 32 und 33 haben übereinstimmende Grösse und Form und besitzen Mittelöffnungen mit kreisförmiger Umrandung 36; der Durchmesser der Öffnungen ist gleich dem oder wenig grösser als der Aussendurchmesser des Tiegels c, so daß der Tiegel von der Kolbenstange 12 durch den Teil D hindurch in die in Fig. 4 gezeigte Entnahmestellung bewegt werden kann. Helium oder ein anderes Inertgas wird fortlaufend durch bewegliche Leitungen 77 aus einem Heliumvorrat in den Raum 35 geleitet, so daß der hohle Graphitdorn ("susceptor") 16 und/oder der Tiegel c von dem Inertgas umschlossen werden und sich in einer nichtoxydierenden Umgebung befinden, wenn sie gemäß Fig. 4 angehoben sind. Dadurch wird eine zu schnelle Oxydation des heissen Graphits des Dorns 16 vermieden, so daß der Graphitdorn ("susceptor") eine Betriebslebensdauer hat, die mindestens zehn- oder zwanzigmal so groß ist, wie sie sein würde, wenn der Teil D nicht vorgesehen wäre. Mit dieser Anordnung wird auch die Kühlung der Aussenfläche des fertigen Tiegels c am Ende des Arbeitsganges erleichtert, so daß diese Fläche sich weniger leicht verformen läßt oder von der Abhebezange beschädigt wird, wenn er am Ende des Arbeitsganges von dem Dorn abgehoben wird. An dem jeweiligen Graphitstab 133 kann ein passendes Anschlußstück 76 für die jeweilige bewegliche Leitung 77 vorgesehen werden.

Um Oxydation des Graphits zu vermeiden, müssen in dem Ofen A und im Teil D nichtoxydierende Verhältnisse bestehen; das wäre natürlich nicht erforderlich, wenn der Dorn und die Ofenplatten statt aus Graphit aus Platin hergestellt wären.

Der bewegliche Kühlteil B ist als Schlitten ausgebildet und besitzt einen eigenen starren Metallrahmen f mit einer Anzahl Winkelleisen, die miteinander verschweißt oder ander-

weitig starr verbunden sind. Der Rahmen f besitzt vier vertikale Ständer 38, die mit ihren oberen Enden an zwei horizontalen längsverlaufenden Winkleisen 39 und zwei horizontalen querverlaufenden Winkleisen 40 befestigt sind, so daß die Winkleisen 39 und 40 einen rechtwinkligen Rahmen bilden, der eine ebene rechtwinkelige isolierende Platte 41 in horizontaler Lage parallel zu den Schienen 30 und den oben beschriebenen Isolierplatten 23 und 124 trägt. Die Platte 41 besteht vorzugsweise aus "Transite". Die unteren Enden der Ständer 38 sind starr verbunden mit zwei horizontalen längsverlaufenden Winkleisen 42 und zwei horizontalen querverlaufenden Winkleisen 43. An dem Rahmen f sind vier Spurräder 44 angebracht, deren waagerechte Wellen 45 an den Winkleisen 42 angebracht sind. An jedem Rad 44 ist eine Mittelnut 46 vorgesehen, die so groß ist, daß sie die Schiene 30 aufnehmen kann (Fig. 2), so daß der Teil B genau ausgerichtet wird, wenn er während der Hin- und Herbewegungen von den Schienen 30 geführt wird. Feststehende Anschläge 66 und 67 lassen sich an den Schienen 30 anbringen, wodurch die Bewegungen begrenzt werden und der Becher 7 leichter auf die Ofenöffnung und die Kreisöffnungen 36 des Teils D ausgerichtet werden kann. Die Bewegung des Teils B zwischen den genannten Anschlägen kann von Hand auf Grund eines Signals oder automatisch durch einen geeigneten Motor, etwa durch den Motor M nach Fig. 1, und eine darauf abgestimmte elektrische Steuerung nach Art der Schaltung Fig. 5 erfolgen.

Der Druckluftzylinder 13 und die Kolbenstange 12 können an dem Teil B in beliebiger geeigneter Weise angebracht werden. Nach den Zeichnungen verläuft die Kolbenstange 12 durch eine kleine Kreisbohrung 53 in der Montageplatte 14 und durch entsprechende Bohrungen 47 bzw. 48 in der Platte 41 bzw. dem feuerfesten Boden 9. Wie schon erwähnt, ist für

die Einstellung der Platte 14 auf den längsverlaufenden Winkeleisen 42 eine Montierung mit Schrauben 15 und Einstellmuttern 49 und 50 vorgesehen.

Die Fig. 1 und 3 lassen erkennen, daß die feuerfeste Abdeckplatte 55 auf einer runden Metallnabe 56 angebracht ist, die auf dem oberen Ende einer vertikalen Tragstange 57 ruht. Schwenkmittel tragen die Stange; sie bestehen aus einem waagrecht Tragarm 58 mit vertikal stehenden Hülse 59 und 60 an den beiden Enden des Arms. Die Stange 57 sitzt eng in der Hülse 59 und kann in jeder gewünschten Stellung einstellbar gehalten werden. Ein vertikal stehender Schwenkzapfen 61 greift durch die Hülse 60 und in die Flanschen eines U-förmigen Haltebügels 62, der an einem der vertikalen Ständer 19 starr angebracht ist. Der Schwenkzapfen hält den Arm 58 in horizontaler Lage und ermöglicht ihm eine Schwenkung aus einer in den Fig. 1 und 3 mit ausgezogenen Linien angegebenen zurückgenommenen Ruhestellung in eine Schließstellung, in der der Stab 57 coaxial zu dem Ofenkörper 1 verläuft und die Abdeckplatte 55 die untere Kreisöffnung 26 der Platte 24 bedeckt. Der Durchmesser der Abdeckplatte ist vorzugsweise gleich oder grösser als der Innendurchmesser der Öffnung 26, und die Platte ist so angeordnet, daß sie die Bodenöffnung der Ofenkammer 37 praktisch vollständig verschließt, wenn sie in die Schließstellung geschwenkt ist.

Man sieht, daß die Bodenöffnung in der Platte 24 horizontal verläuft und unterhalb der Winkeleisen 22 liegt, so daß nur die Ständer 19 die Bewegung parallel zu dieser Fläche behindern. Die ebene Oberseite der Abdeckplatte 55 läßt sich daher mit sehr geringem Abstand unterhalb der Unterseite der Platte 24 anordnen und kann in dieser verschwenkt werden. Ebenso kann die Oberseite des feuerfesten Bechers 7 an oder sehr nahe der Platte 24 liegen, ohne daß eine Behinderung der Hin- und Herbewegung des Teils B eintritt.

97

Bei der Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens empfiehlt es sich, die Ofenkammer 37 mit Helium zu füllen und die Heliumatmosphäre während des Erhitzungsvorgangs beizubehalten. Wird Helium in dieser Weise verwendet, wird zweckmässigerweise ein Heliumstrom aufrechterhalten, der in die Ofenkammer mit geringer Geschwindigkeit geleitet wird, so daß die gewünschte inerte Atmosphäre aufrechterhalten wird aber keine Störung des eigentlichen Erhitzungsvorgangs in der Ofenkammer auftreten kann.

Ein aussenliegender zylindrischer Block 70 aus Metall oder feuerfestem Material ist, wie gezeichnet, fest auf dem feuerfesten Deckel 5 angebracht. Der Block weist einen zentralen vertikalen Durchlaß 151 auf, der mit dem zentralen vertikalen Durchlaß 51 des Deckels 5 und der zentralen Öffnung 54 der Graphitplatte 63 fluchtet; ferner weist der Block einen geneigten Radialdurchlaß 72 auf, der von einem Einlaß 73 zu dem Durchlaß 151 führt. Eine Quarzlinse oder ein Schauglas 71 ist in einer Ausnehmung am oberen Ende des Durchlasses 51 vorgesehen, um einen Einblick in die Ofenkammer und die Verwendung eines üblichen optischen Pyrometers zur Messung der Ofentemperatur zu gestatten.

Eine bewegliche Zuleitung 74 führt an den Einlaß 73 und bringt durch die Durchlässe 72 und 51 Helium in den Ofenraum. Die Leitung ist an einen unter gleichbleibendem Druck stehenden Heliumvorrat angeschlossen, etwa an einen oder mehrere Heliumtanks, die mit einem Druckausgleichsventil versehen sind. Die Leitungen 77 des Teils D können an den gleichen Heliumvorrat angeschlossen sein.

Die hier als Ausführungsbeispiel wiedergegebene Vorrichtung kann in vieler Hinsicht verändert oder auch verbessert werden, und es lassen sich im Rahmen der Erfindung zahlreiche

92

andere Hilfseinrichtungen einsetzen. Beispielsweise können übliche Temperaturregler angewendet werden, die die gewünschte Temperatur im Ofen nach Maßgabe der Tiegel- oder der Ofentemperatur aufrechterhalten. Derartige Regelkreise können mit einem Strahlungs- oder optischen Pyrometer oder mit anderen geeigneten Hilfsmitteln zur Messung der Ofen- und/oder der Glastemperatur versehen sein.

Fig. 5 gibt ein Schaltschema für eine Ausführungsmöglichkeit einer elektrischen Steuerung, wie sie zur Ausübung des erfindungsgemässen Verfahrens verwendet werden kann. Die Symbole und sonstigen Zeichen in dieser Schaltung stimmen überein mit den Standardisierungsvorschriften des Joint Industrial Council, wie sie beispielsweise in den Ausgaben April und Mai 1967 von "Electro-Technology" angegeben sind. Die Zeilen der Steuerschaltung sind fortlaufend mit 1 bis 17 beziffert (linker Rand der Fig. 5), und die nachstehende Beschreibung nimmt auf diese Zeilennumerierung Bezug.

Die hier angegebene elektrische Schaltung weist vier mit 1 SOL bis 4 SOL bezeichnete Solenoide auf. Das Solenoid 1 SOL steuert die Luftzuführung zu dem doppelwirkenden Druckluftzylinder 13 und veranlaßt im erregten Zustand die Aufwärtsbewegung der Kolbenstange 12; so daß der Graphitdorn 16 angehoben wird. Das Solenoid 2 SOL steuert die Zuführung von Luft zu dem entgegengesetzten Ende des Druckluftzylinders 13 und veranlaßt im erregten Zustand die Abwärtsbewegung der Kolbenstange 12 und damit die Absenkung des Dorns 16.

Natürlich lassen sich die verschiedensten Arten von Druckluftzylindern, Druckluftmotoren oder elektrischen Motoren für die Ausübung der Hin- und Herbewegung des Dorns 16 heran-

ziehen. Das gleiche gilt im Hinblick auf die Hin- und Herbewegung des Schlittens bei B. Fig. 1 zeigt schematisch einen Motor M als übliche Einrichtung für das Hin- und Herbewegen des Schlittens. Als geeigneter Motor ist in diesem Zusammenhang beispielsweise ein doppelwirkender Druckluftzylinder ähnlich dem Zylinder 13 oder ein umsteuerbarer Elektromotor für den Antrieb der Räder 44 anzusehen, damit der Schlitten von dem einen Anschlag 66 zu dem anderen Anschlag 67 bewegt wird.

Das Solenoid 3 SOL steuert den Motor M (Fig. 1) und läßt den Schlitten B, wenn es erregt wird, horizontal aus der Beschickungsstellung in die Arbeitsstellung unterhalb des Ofens A und gegen den Anschlag 66 laufen. Das Solenoid 4 SOL steuert ebenfalls den Motor M und bewegt, wenn es erregt wird, den Schlitten zurück in die Beschickungsstellung unterhalb des Teils D bis gegen den Anschlag 67. Wird kein Motor M vorgesehen, so können die Solenoide 3 SOL und 4 SOL zum Betätigen eines Horns oder einer Signallampe dienen und dadurch der Bedienungsperson anzeigen, daß der Schlitten bewegt werden muß, so daß das Verfahren in gleicher Weise durchgeführt werden kann.

Die elektrische Schaltung weist ferner vier in Ruhe geöffnete Endschalter 1LS bis 4LS auf, die an verschiedenen Stellen angeordnet werden können, damit sie in der gewünschten Weise arbeiten. Der Endschalter 1LS wird nach Maßgabe der Bewegung des Dorns 16 in seine obere Endlage geschlossen, beispielsweise entsprechend der Bewegung des Kolbens an das obere Ende des Zylinders 13 (vgl. Fig. 2). Der Endschalter 2LS wird nach Maßgabe der Bewegung des Dorns 16 in seine untere Endlage geschlossen, wenn die Platte 11 an den Boden des Behälters 7 stößt. Der Endschalter 2LS besitzt einen Schaltarm 68, der die Unterseite der Platte 11 berührt.



Der Endschalter 3LS wird nach Maßgabe der Bewegung des Kühlteils B in die in Fig. 4 gezeichnete Beschickungslage geschlossen, wobei der Schlitten den Anschlag 67 berührt. Fig. 4 läßt erkennen, daß der Ansatz 65 an dem Schlitten bei 39 den Schaltarm 75 des Schalters 3LS berührt. Der Schalter 4LS wird nach Maßgabe der Bewegung des Kühlteils in die Arbeitsstellung unterhalb des Ofens (vgl. Fig. 1 und 2) geschlossen, wobei der Schlitten den Anschlag 66 berührt; wenn der Kühlteil in diese Lage eintritt, berührt er den Schaltarm 64 des Schalters 4LS, der dadurch geschlossen wird.

Wenn die Vorrichtung in Betrieb ist, beginnt der Arbeitstakt damit, daß der Kühlteil B sich in der Beschickungsstellung gemäß Fig. 4 und der Dorn 16 sich in seiner unteren Endstellung befindet. Zum Starten des Arbeitstaktes drückt die Bedienungsperson den Druckknopf PB1 und schließt den Kreis in den Zeilen 1 und 3. Dadurch werden erregt: das Hauptsteuerrelais 9CR, das durch Schliessen seiner Kontakte in Zeile 2 erregt bleibt, sowie das Zeitgeberrelais 2TR, das durch Schliessen seiner Kontakte in Zeile 4 erregt bleibt. Durch das Schliessen der Hauptrelaiskontakte in Zeile 2 wird das Steuerrelais 3CR erregt, vorausgesetzt, daß der Kühlteil B sich in der angenommenen Beschickungsstellung befindet und den Endschalter 3LS schließt. Die Arbeitskontakte 3CR in Zeile 4 werden geschlossen und speisen das Solenoid 1 SOL, wodurch der Dorn 16 nach oben geführt wird. Erreicht der Dorn seine obere Endlage, wird der Endschalter 1LS geschlossen, womit das Relais 1CR erregt wird, und die Ruhekontakte 1CR in Zeile 4 werden geöffnet, wodurch das Solenoid 1 SOL abgeschaltet ist.

Der Zeitgeber 2TR liefert der Bedienungsperson eine vorgegebene Verzögerungszeit, in welcher sie den Schlickerguß-Tiegel c auf den Dorn 16 setzen kann (vgl. Fig. 4). Am Ende

dieser Verzögerungszeit werden die Ruhekontakte 2TR in Zeile 4 geöffnet und die Arbeitskontakte 2TR in Zeile 6 werden geschlossen, wodurch das Zeitgeberrelais 3TR erregt wird, das durch Schliessen seiner Kontakte in Zeile 7 erregt bleibt und das Solenoid 2 SOL in Zeile 10 gespeist wird, das den Dorn 16 in seine untere Endlage herabzieht. Wenn der Dorn diese Stellung erreicht, wird der Endschalter 2LS geschlossen und damit das Relais 2CR erregt und werden die Ruhekontakte 2CR in Zeile 10 geöffnet, wodurch das Solenoid 2SOL abgeschaltet wird. Gleichzeitig werden die Arbeitskontakte 2CR in Zeile 8 geschlossen und speisen das Solenoid 3SOL, wodurch sich der Kühlteil B aus der Beschickungsstellung nach Fig. 4 in die Arbeitsstellung nach Fig. 2 bewegt. Wenn der Kühlteil seine Arbeitsstellung erreicht, wird der Endschalter 4LS geschlossen und damit das Relais 4CR erregt, wodurch die Kontakte 4CR in Zeile 8 geöffnet werden und das Solenoid 3 SOL abgeschaltet wird. Gleichzeitig werden die Arbeitskontakte 4CR in Zeile 5 geschlossen, so daß das Solenoid 1 SOL erregt wird und den Dorn anhebt, wobei die Arbeitskontakte 3TR in den Zeilen 5 und 7 in diesem Fall geschlossen sind. Wenn der Dorn seine obere Endlage in dem Ofen erreicht (Fig. 2), wird der Endschalter 1LS geschlossen und das Steuerrelais 1CR erregt, womit seine Ruhekontakte in Zeile 4 sich öffnen und das Solenoid 1 SOL abgeschaltet wird.

Die Erhitzungsdauer in dem Ofen wird von dem Zeitgeberrelais 3TR so gesteuert, daß der Tiegel auf eine Temperatur in dem vorgesehenen Bereich (z.B. 1650 bis 1700°C - 3000 bis 3100°F) für die vorgegebene Zeitdauer, beispielsweise 1 bis 3 Minuten, erhitzt wird. Am Ende dieser Zeitspanne werden die Arbeitskontakte 3TR in Zeile 11 geschlossen, so daß das Zeitgeberrelais 4TR erregt wird, dessen Arbeitskontakte in Zeile 9 sofort geschlossen werden, so daß das Solenoid 2 SOL gespeist wird. Dadurch wird der Dorn in seine untere Endlage

in dem Kühlteil B gebracht, woraufhin der Endschalter 2LS geschlossen und das Relais 2CR erregt wird, die Ruhekontakte 2CR in Zeile 9 geöffnet und die Arbeitskontakte 2CR in Zeile 12 geschlossen werden.

Das Zeitgeberrelais 4TR liefert eine vorgegebene Verzögerungszeit, beispielsweise etwa eine halbe Minute, in der der Dorn 16 und der Tiegel c sich bis auf eine Temperatur von etwa  $1480^{\circ}\text{C}$  ( $2700^{\circ}\text{F}$ ) abkühlen können, bei welcher Temperatur das Tiegelglas ausreichend fest geworden ist, um es greifen zu können. Diese Temperatur liegt vorzugsweise bei  $1480^{\circ}\text{C}$  ( $2700^{\circ}\text{F}$ ) kann aber auch einige  $50^{\circ}\text{C}$  (einige  $100^{\circ}\text{F}$ ) niedriger liegen als diese. Eine unter etwa  $1315^{\circ}\text{C}$  ( $2400^{\circ}\text{F}$ ) liegende Temperatur ist jedoch unerwünscht, weil dadurch die für jeden Arbeitstakt erforderliche Zeitspanne zu sehr anwächst und damit die Bildung von Cristobalit begünstigt wird. Der Zeitgeber 3TR wird daher so eingestellt, daß er den Arbeitstakt abschließt, bevor der Tiegel sich so weit abkühlt (liefert also beispielsweise eine Verzögerungszeit von 20 bis 40 Sekunden).

Am Ende des vorgegebenen Kühlabschnitts schließt das Relais 4TR seine Kontakte in Zeile 12 und speist das Solenoid 4 SOL, wodurch die Bewegung des Kühlteils B in die Beschickungslage unterhalb des Teils D eingeleitet wird. Wenn der Kühlteil diese Stellung erreicht hat (vgl. Fig. 4), wird der Endschalter 3LS geschlossen und erregt das Relais 3CR, so daß dessen Kontakte in Zeile 13 geschlossen werden, wodurch das Relais 5CR erregt wird. Die Ruhekontakte 5CR werden dann in Zeile 2 vorübergehend geöffnet, wodurch das Hauptsteuerrelais 9CR entregt und damit der Arbeitstakt abgeschlossen wird. Die Bedienungsperson muß also wiederum den Druckknopf PB1 drücken, um einen neuen Arbeitstakt zu beginnen und den

Dorn in die in Fig. 4 gezeichnete obere Endlage zu heben. Nachdem der Dorn diese Stellung erreicht hat, kann die Bedienungsperson den fertigen Tiegel mit einer üblichen Tiegelzange ergreifen und innerhalb der von dem Zeitgeber 2TR gelieferten Verzögerungszeit einen weiteren Schlickerguß-Tiegel auf den Dorn setzen.

Die Arbeitstakte können in schneller Folge wiederholt werden, wenn eine Massenherstellung von Tiegeln mit relativ hohem Ausstoß, d.h. etwa 15 bis 20 Stück in der Stunde, herbeigeführt werden soll, was von der Grösse der Tiegel und den angewandten Temperaturen abhängt.

Natürlich läßt sich die elektrische Steuerung vollautomatisch gestalten, so daß der Druckknopf PB1 nicht mehr bei jedem Beginn eines neuen Arbeitstakts gedrückt zu werden braucht. Wenn jedoch die Vorrichtung von Hand beschickt und entladen werden soll, ist ein solcher Druckknopf im allgemeinen vorzuziehen.

Der hier beschriebene einfache Ofen ist für die derzeit allgemein benutzten Tiegel geeignet; er ist in der Lage, den Tiegel für die Dauer der geforderten Sinterperiode auf eine Temperatur im Bereich von 1620 bis 1730°C (2950 bis 3150°F) zu bringen. Jedoch ist für übermässig grosse Tiegel eine gleichmässige Beheizung wünschenswert, so daß die Erhitzungsdauer weniger von der Axialerstreckung des Tiegels als von dessen Wandstärke abhängt. Jedoch kann man mit einer verhältnismässig kurzen Erhitzungszeit sogar noch bei Wandstärken von 10 mm (0,4 inch) auskommen. Die Wandstärke des Tiegels beträgt im allgemeinen selbst bei grossen Tiegeln nicht mehr als 8 mm (0,3 inch), vorzugsweise nicht mehr als 5 mm (0,2 inch).

Offensichtlich kann die feuerfeste Deckplatte 55 auch von

einem Druckzylinder statt von Hand bewegt werden, und die elektrische Steuerschaltung kann Einrichtungen umfassen, die nötigenfalls den Ofen mit Hilfe eines derartigen Deckels automatisch öffnen oder schliessen.

Das für die Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens benötigte elektrische System kann unterschiedlich ausgeführt werden. Für die hier beschriebene Möglichkeit werden keine besonderen Vorteile gegenüber anderen gebräuchlichen Möglichkeiten geltend gemacht. Beispielsweise könnte die elektrische Anlage nach der USA-Patentschrift 3 356 130 (Mellen et al.) aufgebaut sein und könnte mit üblichen Zeitgeber- und Temperatursteuerungshilfsmitteln verschiedener Art arbeiten.

Bei der Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens werden vorzugsweise Schlickerguß-Tiegel verwendet, die im wesentlichen aus Quarzglas bestehen - d.h. aus Quarzglas mit einem Reinheitsgrad von zumindest 99,95 %. Ein Quarzglas der verlangten Partikelgrösse läßt sich durch Mahlen, Zerreiben oder andersartiges Pulverisieren von Quarzglas hohen Reinheitsgrades herstellen.

Zum Beispiel kann man Quarzglassand von hohem Reinheitsgrad (99,97 bis 99,99 %) in einer speziellen Kugelmühle mahlen, ohne dadurch merkliche Verunreinigungen einzubringen. Eine solche Kugelmühle kann aus einer üblichen Kugelmühle mit Kugeln von 38 mm (1,5 inch) Durchmesser aus reinem Quarzglas und mit einer üblichen Gummiauskleidung aus einem aschearmen Gummi, etwa Polyurethangummi oder einem anderen organischen Material, bestehen, das keine wesentliche bleibende Verunreinigung verursacht. Das nachstehende Beispiel soll die Benutzung der Erfindung erläutern, soll die Erfindung aber nicht beschränken.

Quarzglassand mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99,97 % wird zusammen mit destilliertem Wasser in die obenbeschriebene besondere Kugelmühle gegeben und zu feinem Pulver (-325 mesh) vermahlen, so daß die übliche Aufschlammung für den nachfolgenden Schlickerguß entsteht. Die durchschnittliche Partikelgrösse beträgt etwa 2 bis 4  $\mu$ . Auf ein Teil Wasser in jeder Charge werden etwa vier Gewichtsteile Quarzglassand benutzt. Eine beträchtliche Anzahl Chargen werden auf diese Weise hergestellt; jede Charge wiegt etwa 91 kg (200 pounds).

Danach wird der Schlickerguß unter Verwendung einer üblichen porösen Gußform, beispielsweise einer Graphitform oder einer mit Graphit ausgekleideten Gipsform, ausgeführt; die Innenfläche der Form entspricht der Form der Aussenseite des verlangten Tiegels (beispielsweise der Tiegel nach den Fig. 1 und 2). Ehe die in der im vorigen Absatz beschriebenen Weise hergestellte Aufschlammung in die Form gegeben wird, benetzt man die Innenfläche mit Wasser und beschichtet sie mit reinem Graphitpulver mit Partikelgrößen zwischen etwa 10 und 50  $\mu$ . Das trockene Graphitpulver wird auf der feuchten Oberfläche der Form verrieben, so daß eine zusammenhängende glänzende schwarze Schicht entsteht; überschüssiger Graphit wird abgewischt.

Dann wird die Aufschlammung in die Form gegeben und nach Ablauf einer ausreichend langen Zeit (etwa 10 bis 15 Minuten), die ausreicht, um eine Wandstärke von ungefähr 2,5 mm (0,1 inch) entstehen zu lassen, wird die Form gestürzt, um den Überschuss der Aufschlammung abfließen zu lassen, und dann wieder aufgerichtet. Nach etwa 30 minütigem Trocknen bei 43°C (110°F) wird der Tiegel, sobald er ausreichend fest ist, um sich selbst zu tragen,

aus der Form genommen und vier Stunden lang bei  $43^{\circ}\text{C}$  ( $110^{\circ}\text{F}$ ) getrocknet. Ein derartiger Tiegel kann beispielsweise eine Wandstärke von 2,5 mm (0,1 inch), eine Axialerstreckung von 125 mm (5 inches) und einen Aussendurchmesser von 125 mm (5 inches) aufweisen.

Der teilweise getrocknete Tiegel wird dann in einen Erhitzungsraum mit einer Temperatur von etwa  $177^{\circ}\text{C}$  ( $350^{\circ}\text{F}$ ) gesetzt; dort bleibt er, bis er vollständig getrocknet ist (z.B. eine bis vier Stunden), und anschliessend wird die Lufttemperatur in dem Erhitzungsraum langsam bis auf eine Sintertemperatur von  $1150^{\circ}\text{C}$  ( $2100^{\circ}\text{F}$ ) erhöht, um alles Verbrennbare zu entfernen, das bisher nicht entfernte absorbierte Wasser auszutreiben und die Festigkeit des Tiegels zu erhöhen. Nach Abschluß der Sinterperiode, d.h. nach etwa einer bis zwei Stunden, die ausreicht, um dem Tiegel die für die Manipulation erforderliche Festigkeit zu verleihen, wird der Tiegel schnell mit Luft auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Dann werden die auf diese Weise hergestellten getrockneten Schlickerguß-Tiegel in der Vorrichtung nach den Fig. 1 bis 4 behandelt, indem jeder Tiegel auf den Graphitdorn 16 gesetzt wird, wenn dieser die in Fig. 4 dargestellte Lage einnimmt und eine Temperatur von ungefähr  $1480^{\circ}\text{C}$  ( $2700^{\circ}\text{F}$ ) erreicht hat. Der Tiegel wird automatisch auf dem Dorn in die Heizkammer geführt und in der Heliumatmosphäre während einer ausreichend langen Zeit, etwa 3 bis 4 Minuten lang, auf eine Temperatur von ungefähr  $1680^{\circ}\text{C}$  ( $3050^{\circ}\text{F}$ ) erhitzt, bis der Tiegel durchsichtig ist. Am Ende dieses Zeitabschnitts wird der Tiegel automatisch in die in Fig. 1 gezeigte Lage abgesenkt und kann in der Heliumatmosphäre etwa eine halbe Minute bis auf etwa  $1480^{\circ}\text{C}$  ( $2700^{\circ}\text{F}$ ) abkühlen. Dann wird der Tiegel in die Entnahmestelle nach Fig. 4 gebracht und von Hand mit einer Zange od. dgl. abgenommen. Er kann ohne

die Gefahr des Reissens schnell auf Zimmertemperatur abgekühlt werden, etwa durch Eintauchen in Wasser, aber eine derart schnelle Abkühlung ist nicht erforderlich. Der Gehalt an Cristobalit ist offensichtlich unwesentlich und wesentlich geringer als 1 %.

Bei der Ausübung des obenbeschriebenen Verfahrens können die Hülse 6, die Platte 63 und andere Ofenteile Oberflächen-temperaturen bis zu 1700 oder 1760°C (3100 oder 3200°F) erreichen. Das Glas des Tiegels wird in dem obenbeschriebenen Beispiel auf 1680°C (3050°F) erhitzt. Man kann zwar eine höhere Glastemperatur (bis etwa 1730°C - 3150°F) anwenden, jedoch werden diese höheren Temperaturen zweckmässigerweise nicht benutzt, weil dabei die Neigung zur Bildung von Blasen an der Oberfläche besteht. Hohe Temperaturen beschleunigen auch die Oxydation der Graphitteile und die Reaktion zwischen Quarz und Graphit mit Bildung von Kohlenmonoxid-Gas. Ausserdem wird Siliziummonoxid-Gas wegen der Reaktion zwischen Graphit und Siliziumdioxid gebildet. Das erfindungsgemässe Verfahren wird so geführt, daß Beschädigung durch eingeschlossene Gase während des Sinterns äusserst gering ist und daß diese eingeschlossenen Gase radial nach aussen geführt werden und daher die Innenfläche des Tiegels nicht beschädigen.

Bei der Benutzung der Erfindung kann man mit Quarzglas beliebiger Art arbeiten, wennes den erforderlichen hohen Reinheitsgrad aufweist. Im Rahmen der vorliegenden Beschreibung umfaßt der Begriff "Quarzglas" verschiedene Formen glasartigen Quarzes, darunter synthetischen glasartigen Quarz (z.B. aus Quarz hergestellt, der durch Umwandlung einer Siliziumverbindung entstanden ist), Quarzglas aus klarem kristallinem Quarz und aus Sand hergestellten glasartigen Quarz. Letzterer kann durchsichtig, durchscheinend oder opak sein. Das erfindungsgemässe Verfahren kann beispiels-



32

weise angewandt werden, um einen Tiegel zu behandeln, der auf einem Platin- oder Graphitdorn durch Umwandlung einer Siliziumverbindung, etwa von Siliziumchloriddampf, gebildet ist.

Das erfindungsgemässe Verfahren ist einerseits besonders geeignet zur Herstellung von dünnwandigen Gegenständen, wie Tiegeln, Abdampfschalen und Glasröhren, andererseits lassen sich Vorteile aber auch bei der erfindungsgemässen Herstellung von grossen Glockenschalen und verschiedenen anderen gepreßten oder durch Schlickerguß gewonnenen Gegenständen erzielen.

Nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellte Tiegel weisen wesentlich weniger als 1 % Cristobalit auf und besitzen im allgemeinen eine Temperaturwechselfestigkeit, die die Rißbildung verhindert, wenn sie bei einer Eigentemperatur von 1090°C (2000°F in Wasser von 21°C (70°F) gebracht werden. Das gilt für durchsichtige oder Gegenstände maximaler Dichte, ebenso für Gegenstände mit einer Dichte von 99 % der vollen Dichte.

Die Grösse der Tiegel kann sehr unterschiedlich sein. Im allgemeinen haben die Tiegel eine Wandstärke zwischen etwa 2 und 4 mm (0,08 und 0,15 inch), einen Durchmesser von 100 bis 200 mm (4 bis 8 inches) und eine Axialerstreckung von 100 bis 200 mm (4 bis 8 inches). Jedoch ist es nach der Erfindung möglich, grössere Tiegel mit beispielsweise etwas dünneren Wänden bei etwa 250 mm (10 inches) Durchmesser und etwa 250 mm (10 inches) Axialerstreckung herzustellen.

Es ist besonders vorteilhaft, das erfindungsgemässe Verfahren bei Atmosphärendruck zu benutzen, aber natürlich kann

auch ein höherer Druck, beispielsweise von 1,5 bis 2 at  
ohne weiteres angewandt werden. Ein besonderer Vorteil  
wird bei Anwendung eines höheren Drucks nicht erzielt.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zum Herstellen dünnwandiger Gegenstände aus Quarzglas durch Formen fein zerteilter Partikel von Quarzglas hohen Reinheitsgrades zu einem Quarzglasgegenstand vorgegebener Grösse und Gestalt und Sintern des Gegenstands durch Erhitzen von Teilen des Gegenstands auf eine über  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) liegende Temperatur, dadurch gekennzeichnet, daß der geformte Gegenstand auf eine aus feuerfestem Material bestehende Unterlage gesetzt wird, die so geformt ist, daß sie der Oberfläche des Gegenstands angepaßt ist und sie unterstützt, daß der Gegenstand auf der feuerfesten Unterlage schnell auf eine Sintertemperatur im Bereich von etwa  $1650^{\circ}\text{C}$  bis etwa  $1730^{\circ}\text{C}$  (etwa  $3000^{\circ}\text{F}$  bis etwa  $3150^{\circ}\text{F}$ ) gebracht wird, und daß der Gegenstand auf der Unterlage auf einer Temperatur in dem genannten Bereich während eines Zeitraums zwischen etwa einer Minute und etwa sechs Minuten belassen wird, damit die Teilchen sich schmelzend verbinden, während eingeschlossene Gase entweichen und damit eine Dichte von zumindest 99 % erreicht wird, wobei Grösse und Form des Gegenstands unverändert bleiben und wesentliche Entglasung vermieden wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gegenstand auf der Sintertemperatur in dem genannten Bereich in einem geschlossenen Ofen, der eine lie-

liumatmosphäre aufweist, oder unter Vakuum während eines Zeitraums von mindestens einer Minute gehalten wird, bis das Glas des Gegenstands praktisch durchsichtig ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der schnelle Temperaturanstieg derart erfolgt, daß der Gegenstand von einer unter  $1200^{\circ}\text{C}$  ( $2200^{\circ}\text{F}$ ) liegenden Temperatur auf eine Temperatur von mindestens  $1650^{\circ}\text{C}$  ( $3000^{\circ}\text{F}$ ) innerhalb von weniger als einer Minute aufgeheizt wird, um die Entglasung möglichst gering zu halten.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die feuerfeste Unterlage als Graphitdorn ("susceptor") mit konvexer Oberseite ausgebildet ist, die in die Innenfläche des Gegenstands hineinpäßt, daß der Gegenstand auf den Dorn gesetzt wird, wenn dieser auf mindestens  $1370^{\circ}\text{C}$  ( $2500^{\circ}\text{F}$ ) erhitzt ist, und daß das Sintern in einem Induktionsofen erfolgt, der Graphitwände und die Wände umgebende Heizwicklungen aufweist.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Sintern in einem geschlossenen Ofen erfolgt, daß die Ofentemperatur  $1760^{\circ}\text{C}$  ( $3200^{\circ}\text{F}$ ) nicht übersteigt und während des Sinterns höher gehalten wird als die Temperatur der Innenseite des Gegenstands, so daß in dem Gegenstand eingeschlossenes Gas die Tendenz hat, radial nach aussen abzuziehen.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gegenstand auf eine nicht über  $1480^{\circ}\text{C}$  ( $2700^{\circ}\text{F}$ ) liegende Temperatur abgekühlt wird, bevor er von dem feuerfesten Tragdorn abgenommen wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gegenstand einen dünnwandigen Becher darstellt, der durch Schlickerguß in einer porösen Hohlform mit innerer Graphitbeschichtung hergestellt wurde.
8. Vorrichtung zum Herstellen becherförmiger Gegenstände aus Quarzglas, mit einem Induktionsofen (A) aus Ofenkammer (37) mit umgebenden Graphitwänden (6), einer Induktionsheizwicklung (4) zum Erhitzen der Graphitwände auf eine über  $1650^{\circ}\text{C}$  ( $3000^{\circ}\text{F}$ ) liegende Temperatur, einer Öffnung (26) an einer Ofenseite, einem feuerfesten Deckel (55) zum Öffnen und Verschliessen der Ofenöffnung und einer Einrichtung (74) zur Aufrechterhaltung einer nicht-oxydierenden Atmosphäre in dem Ofen, dadurch gekennzeichnet, daß ein becherförmiger Hohldorn (16) mit einer Aussenfläche vorgesehen ist, die der Innenfläche des Gegenstands (c) entspricht und sie unterstützt, daß der Dorn eine Grösse hat, die ihn durch die Ofenöffnung (26) passieren läßt, und daß er aus einer Kühlstellung ausserhalb des Ofens in eine Erhitzungsstellung innerhalb der Ofenkammer (37) bewegbar ist, daß neben der Ofenöffnung (26) ein Kühlteil (B) angeordnet ist, der den Dorn in dessen Kühlstellung aufnimmt, daß der Kühlteil feuerfeste Umschliessungswände (8) besitzt, um die eine Kühlschlange (10) herumläuft, daß der Kühlteil (B)

aus einer Arbeitsstellung in Verbindung mit der Ofenkammer (37) an der Ofenöffnung (26) in eine gegenüber der Arbeitsstellung versetzte Beschickungsstellung und zurück bewegbar ist, daß auf dem Kühlteil ein Motor (13) angeordnet ist, der den Dorn (16) aus der Erhitzungsstellung in die Kühlstellung und zurück bewegt, und daß eine Einrichtung (74) vorgesehen ist, durch die Helium in die Ofenkammer eingeleitet werden kann, um die Luft zu verdrängen, die in die Kammer eindringen könnte.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß ein Zeitgeber (3TR), der den Motor (13) einige Minuten nach dem Eintritt des Dorns in die Ofenkammer und nachdem der Quarzgegenstand eine Dichte von zumindest 99 % erreicht hat, betätigt.
10. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß ein Motor (M) vorgesehen ist, der den Kühlteil (B) aus der Arbeitsstellung in die Beschickungsstellung und zurück bewegt, und daß ein Zeitgeber (4TR) vorgesehen ist, der den Motor (M) nach einer Verzögerungszeit von mindestens 20 Sekunden nach dem Übertritt des Gegenstands aus der Erhitzungsstellung in die Abkühlstellung betätigt.

-47-

2218766

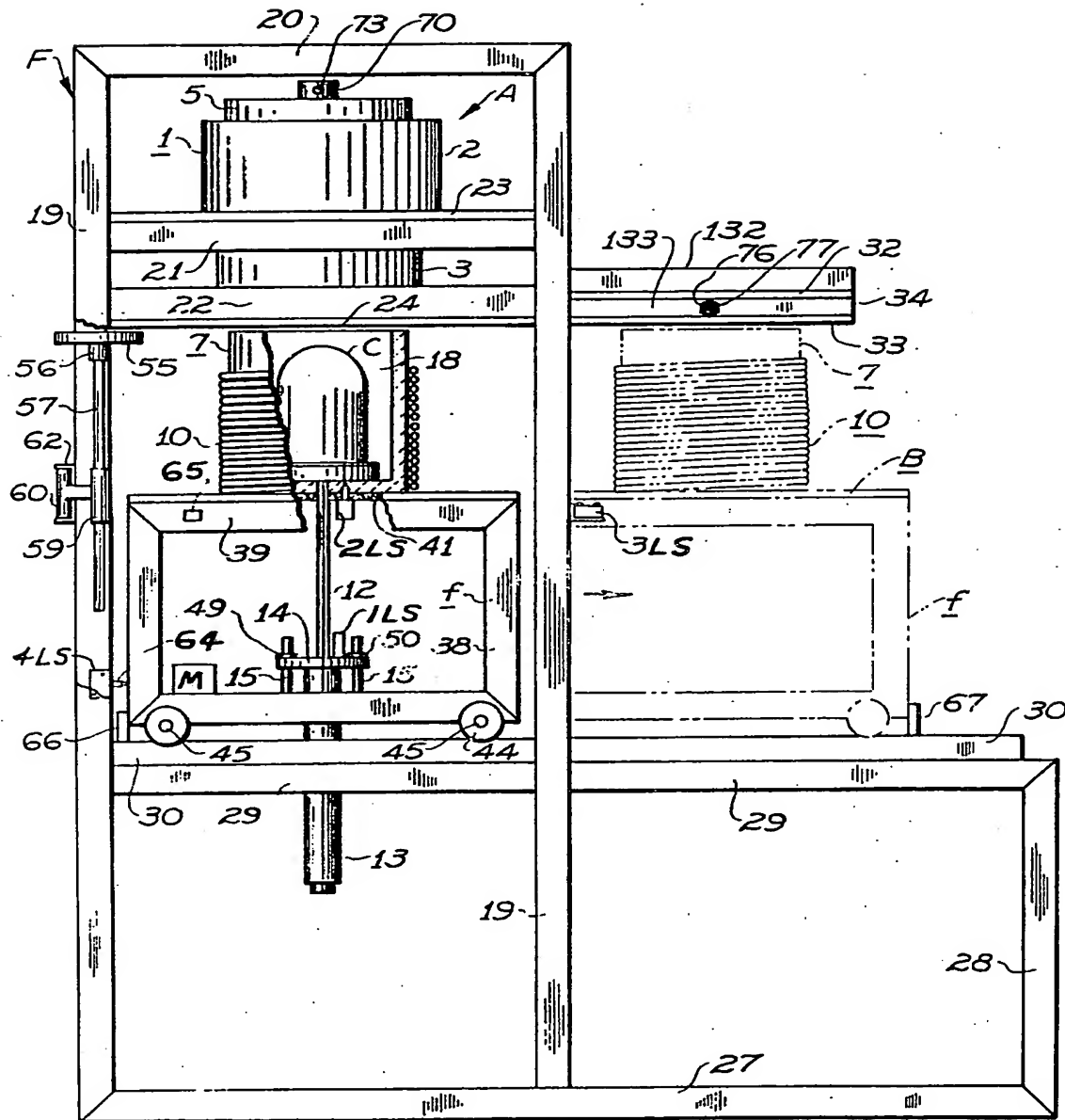


Fig. 1

209850/0642

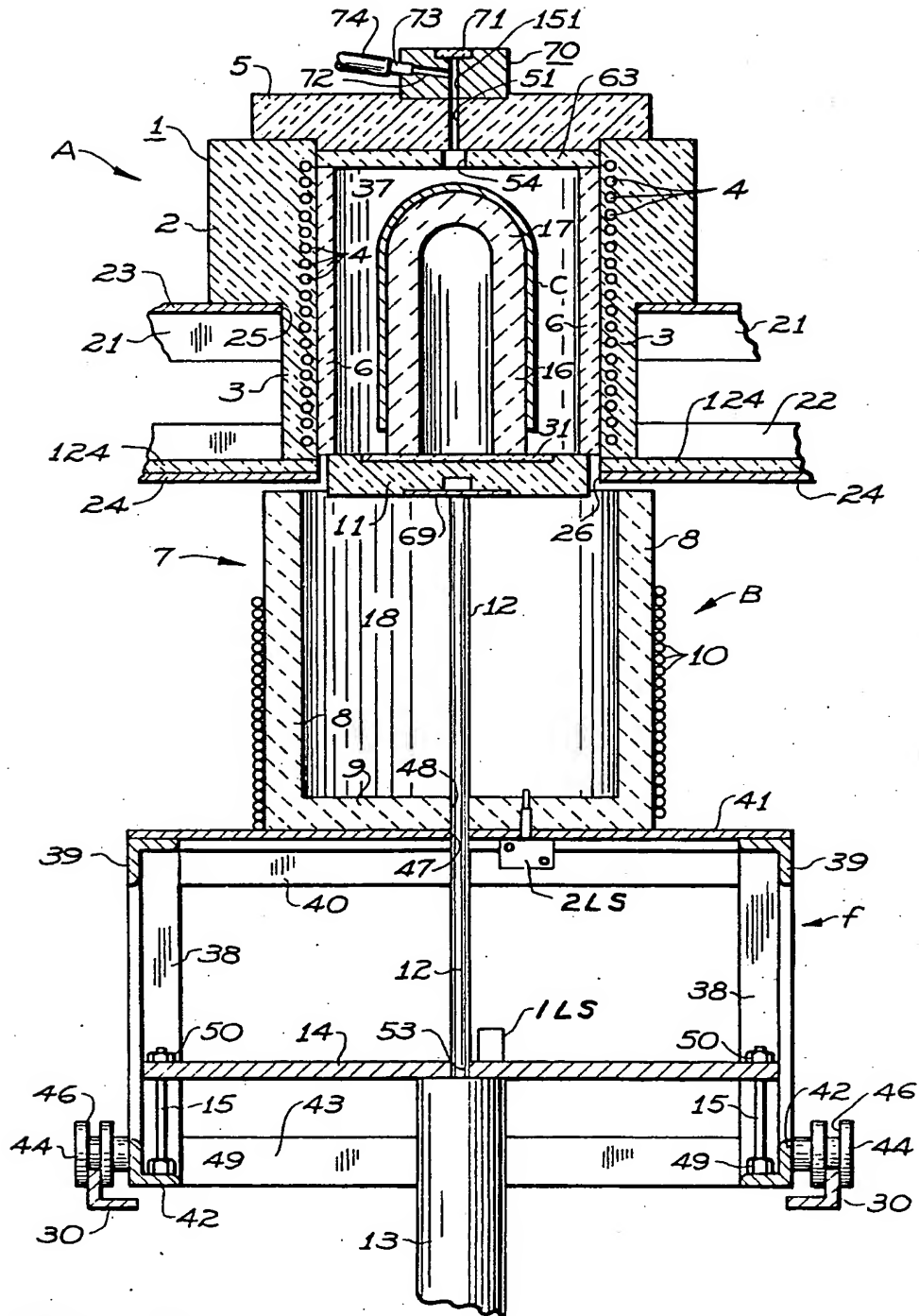
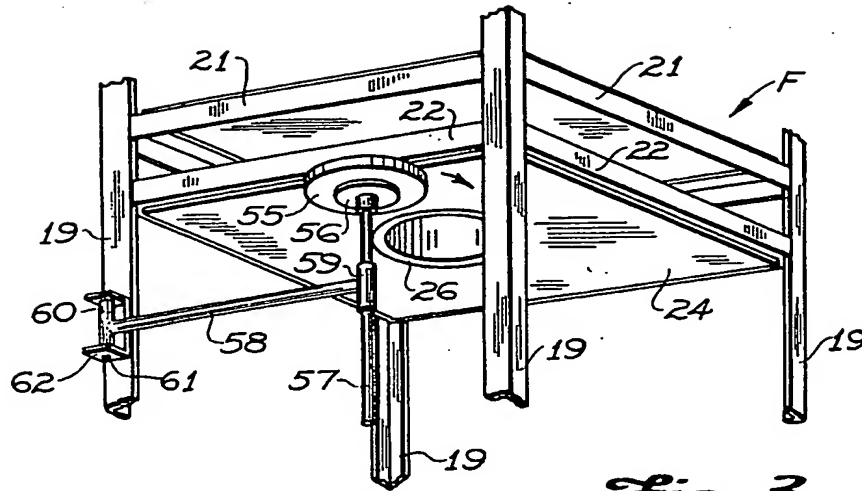
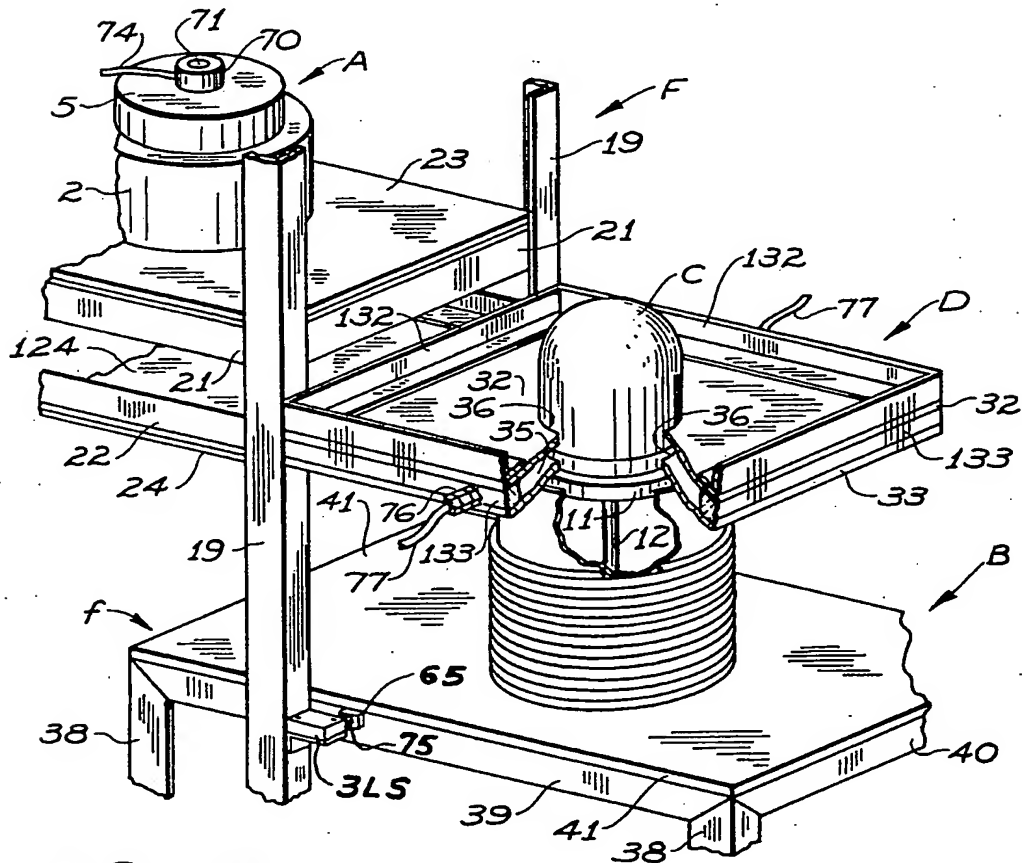


Fig. 2



*Fig. 3**Fig. 4*

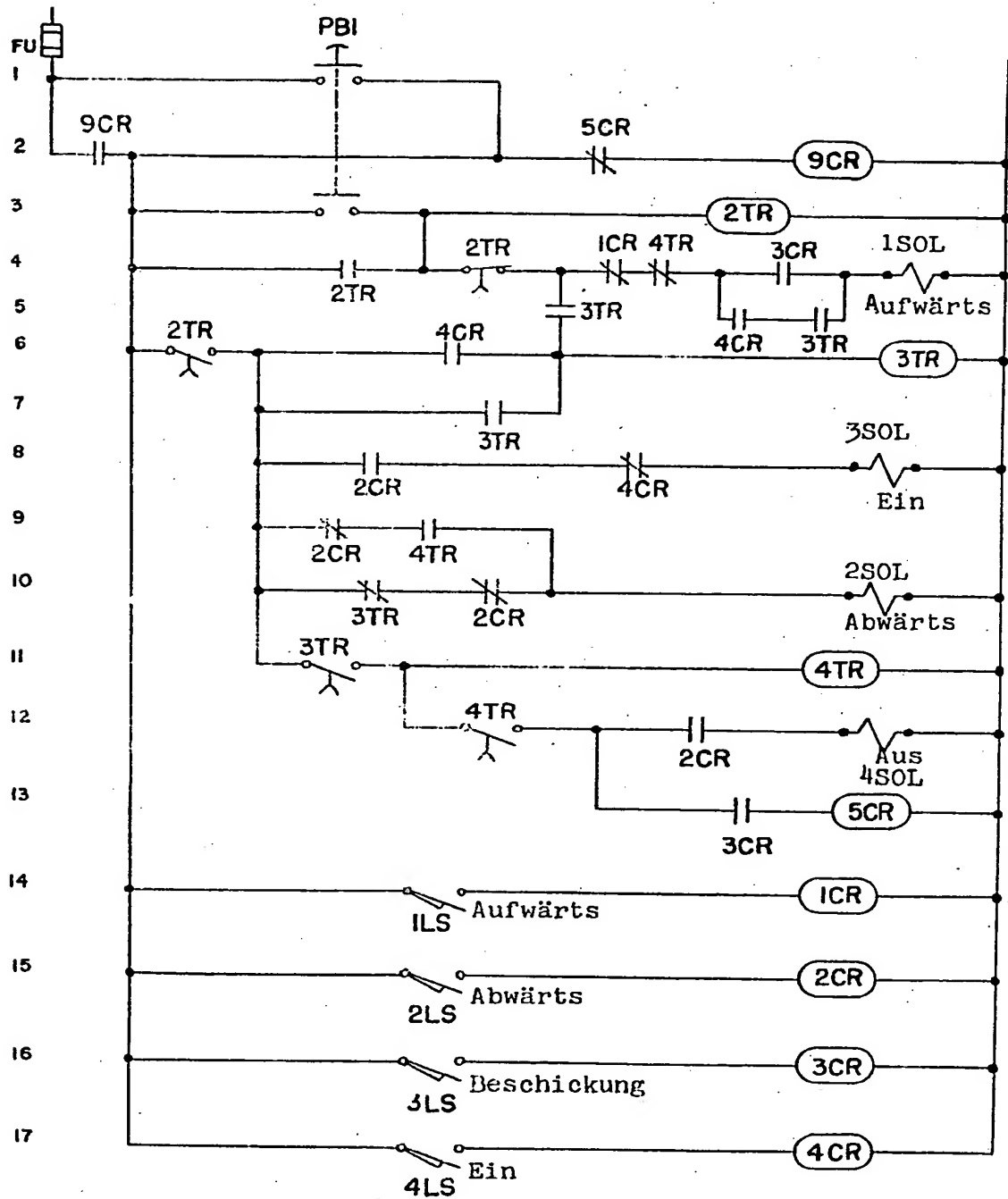


FIG. 5